

WPAT - (C) Derwent

AN - 1991-325211 [44]

XR - 1991-052058 1991-073523

XA - C1991-140535

TI - Portioned pressed washing and cleaning agents - obtd. by pressing compressed granules of premix made by extruding granular compsn. through perforated die plate

DC - A97 D25

PA - (HENK ) HENKEL KGAA

IN - BOECKER M; JACOBS J; KRUSE H; RAEHSE W; SMULDERS E; VOGT G; BOCKER M;

COBS J; RAHSE W

NP - 5

NC - 15

PN - WO9115567 A 19911017 DW1991-44 \*

DSNW: US

DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU NL SE

- EP-523099 A1 19930120 DW1993-03 C11D-017/00 Ger

FD: Based on WO9115567

AP: 1991EP-0906811 19910325; 1991WO-EP00567 19910325

DSR: AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL

- EP-523099 B1 19940615 DW1994-23 C11D-017/00 Ger 15p

FD: Based on WO9115567

AP: 1991EP-0906811 19910325; 1991WO-EP00567 19910325

DSR: AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL

- ES2055599 T3 19940816 DW1994-34 C11D-017/00

FD: Based on EP-523099

AP: 1991EP-0906811 19910325

- WO9115567 A3 19911114 DW1995-09

AP: 1991WO-EP00567 19910325

PR - 1991WO-EP00567 19910325

CT - EP-224128; EP-224129; EP-355626

No-SR.Pub; NoSR.Pub

IC - C11D-011/00 C11D-017/06

AB - WO9115567 A

Washing and cleaning agents in the form of portioned pressed bodies are made by forming a premix of the granular washing or cleaning agent with a plasticiser and/or lubricant, extruding the mixt through an orifice plate under a pressure of 25-200 bar to form a compressed Dwg.No.0/0) extruded granulate, and pressing the compressed granulate into portioned pressed bodies. Pref pressing of the pressed bodies is carried out at 1-300 bar, (5-200 bar) and esp 10-150 bar.

- USE/ADVANTAGE - Pressed bodies, esp tablets, are stable upon storage, have a high shock and impact resistance, withstand handling and transport, and dissolve rapidly in the wash liquor. Esp useful for

**This Page Blank (uspto)**

metering portioned amts of washing and cleaning agents into washing machines etc. (31pp

EPAB- EP-523099 B

A process for the production of detergents in the form of portioned pressings, characterised in that compacted granules are pressed to form the portioned pressings, the compacted granules being formed by extrusion of a homogeneous premix in strand form through perforated dies under pressure of 25 to 200 bar after the addition of a plasticiser and/or lubricant. (Dwg.0/0)

MC - CPI: D11-D03

UP - 1991-44

UE - 1993-03; 1994-23; 1994-34; 1995-09

**This Page Blank (uspto)**

**Portioned pressed washing and cleaning agents - obt'd. by pressing compressed granules of  
premix made by extruding granular compsn.  
through perforated die plate**

**Patent Family : WO9115567**

**• Abstract :**

basic abstract WO9115567 A Washing and cleaning agents in the form of portioned pressed bodies are made by forming a premix of the granular washing or cleaning agent with a plasticiser and/or lubricant, extruding the mixt through an orifice plate under a pressure of 25-200 bar to form a compressed Dwg.No.0/0) extruded granulate, and pressing the compressed granulate into portioned pressed bodies. Pref pressing of the pressed bodies is carried out at 1-300 bar,(5-200 bar) and esp 10-150 bar.

USE/ADVANTAGE - Pressed bodies, esp tablets, are stable upon storage, have a high shock and impact resistance, withstand handling and transport, and dissolve rapidly in the wash liquor. Esp useful for metering portioned amts of washing and cleaning agents into washing machines etc. (31pp)

*International patents classification :*

**• Publication data:**

Family WO9115567 A 91.10.17 \* (9144) NW: \*US RW: AT

BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU NL SE **EP-**

**523099**

A1 93.01.20 (9303) G C11D-017/00 R:

AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL Based on WO9115567 EP-

523099 B1 94.06.15 (9423) G 15p C11D-017/00 R: AT BE

CH DE ES FR GB IT LI NL Based on WO9115567 ES2055599

T3 94.08.16 (9434) C11D-017/00 Based on EP-523099

WO9115567 A3 91.11.14 (9509)

Priority N° 91.03.25 91WO-EP00567

Appli. data 91EP-906811 91.03.25 91WO-EP00567 91.03.25

91EP-906811 91.03.25 91WO-EP00567 91.03.25 91EP-906811

91.03.25 91WO-EP00567 91.03.25

Cited patents EP-224128; EP-224129; EP-355626 No-SR.Pub:

NoSR.Pub

**• Patentee & Inventor(s):**

Assignee (HENK ) HENKEL KGAA

Inventors BOECKER M, JACOBS J, KRUSE H, RAEHSE W,  
SMULDERS E, VOGT G, BOCKER M, COBS J, RAHSE W

**• Accession codes :**

Accession nb. 91-325211/44

Related Acc. nb. 91-052058 91-073523

**• Manual codes :**

Derwent Classes A97 D25

**Others :**

CPI secondary C91-140535

NUM 5 patent(s) 15 country(s)

IC2 C11D-011/00 C11D-017/06

**This Page Blank (uspto)**



⑫

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④ Veröffentlichungstag der Patentschrift :  
**15.06.94 Patentblatt 94/24**

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup> : **C11D 17/00**

⑥ Anmeldenummer : **91906811.4**

⑦ Anmeldetag : **25.03.91**

⑧ Internationale Anmeldenummer :  
**PCT/EP91/00567**

⑨ Internationale Veröffentlichungsnummer :  
**WO 91/15567 17.10.91 Gazette 91/24**

### ⑭ VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON WASCH- UND REINIGUNGSMITTELN.

⑩ Priorität : **02.04.90 DE 4010533**

⑪ Veröffentlichungstag der Anmeldung :  
**20.01.93 Patentblatt 93/03**

⑫ Bekanntmachung des Hinweises auf die  
Patenterteilung :  
**15.06.94 Patentblatt 94/24**

⑬ Benannte Vertragsstaaten :  
**AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL**

⑭ Entgegenhaltungen :  
**EP-A- 0 224 128**  
**EP-A- 0 224 129**  
**EP-A- 0 355 626**

⑮ Patentinhaber : **Henkel**  
**Kommanditgesellschaft auf Aktien**  
**D-40191 Düsseldorf (DE)**

⑯ Erfinder : **RÄHSE, Wilfried, Dr.**  
**Bahlenstrasse 168**  
**D-4000 Düsseldorf 13 (DE)**  
Erfinder : **JACOBS, Jochen, Dr.**  
**Teschensudberg 50**  
**D-5600 Wuppertal 12 (DE)**  
Erfinder : **KRUSE, Hans**  
**Am Hallenbad 44**  
**D-4052 Korschenbroich 2 (DE)**  
Erfinder : **VOGT, Günther, Dr.**  
**Brucknerstrasse 13**  
**D-4154 Tönisvorst 2 (DE)**  
Erfinder : **SMULDERS, Eduard, Dr.**  
**Menzelweg 15**  
**D-4010 Hilden (DE)**  
Erfinder : **BÖCKER, Monika, Dr.**  
**Vohwinkelallee 28**  
**D-4000 Düsseldorf (DE)**

EP 0 523 099 B1

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasch- und Reinigungsmitteln für Haushalt und Gewerbe, die in Form portionierter Preßlinge vorliegen. Die Erfindung betrifft weiterhin diese Wasch- und Reinigungsmittel, die in Form portionierter Preßlinge vorliegen. Die erfindungswesentlichen Elemente werden im nachfolgenden am Beispiel der Textilwaschmittel dargestellt. Die erfindungsgemäße Lehre ist jedoch nicht auf dieses konkrete Anwendungsgebiet eingeschränkt.

Textilwaschmittel auf Basis tensidhaltiger Mischungen nicht nur als Pulver oder feinkörniges Agglomerat, sondern in Form größerer portionierter Preßlinge anzubieten, ist eine alte Wunschkonstruktion, die mehrfachen Niederschlag gerade auch in der Literatur für Haushaltswaschmittel gefunden hat. In der Praxis haben sich Textilwaschmittel in portionierter Form, beispielsweise in der Form von Tabletten, Würfeln und dergleichen insbesondere für das Gebiet der maschinellen Haushaltswäsche nicht durchsetzen können, da die Anforderungen an die zu erfüllenden Vorbedingungen solcher portionierter Formen komplex und in sich widersprüchlich sind. So muß der portionierte Preßling nicht nur über beträchtliche Zeiträume hinweg lagerstabil ausgebildet sein, er muß auch während des gleichen Zeitraumes hinreichende Stabilität gegen Schlag- und Stoßbeanspruchung ohne Zerfall überstehen können, wie es üblicherweise beispielsweise beim Transport als Regelbeanspruchung oder beim versehentlichen Fallenlassen in der Handhabung auftreten können. Im praktischen Einsatz muß sich dann aber der Preßling unter dem Einfluß des Waschwassers rasch und zuverlässig so auflösen, wie das der Verbraucher von den heute handelsüblichen Textilwaschmitteln in Pulverform gewohnt ist. Es muß dabei gewährleistet sein, daß tatsächlich die vollständige Auflösung des gegenüber dem Pulverpartikel großen portionierten Preßlings in den durch den maschinellen Waschprozeß vorgegebenen Zeiträumen stattfindet.

Die deutsche Patentanmeldung 14 67 564 (Colgate) beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Waschmitteltabletten, wobei ein feinteiliges Waschmittel mit hohem Silikatgehalt hergestellt, mit Wasser versetzt und unter geringem Druck von etwa 0,2 bar bis etwa 1,8 bar zu einer Tablette verdichtet wird.

Die deutsche Patentanmeldung 33 15 950 lehrt, daß Reinigungsmitteltabletten mit guter mechanischer Festigkeit und hoher Auflösengeschwindigkeit erhalten werden, wenn man bei ihrer Herstellung die stark alkalischen Bestandteile zunächst granuliert und anschließend gegebenenfalls unter Zusatz von Tablettierhilfsmitteln, beispielsweise Natriumacetat, Citrat oder Tartrat, verpreßt. Dazu sind übliche Excenter- und Rundläuferpressen geeignet.

Nach der Lehre der europäischen Patentanmeldung 291 097 können aktivchlorhaltige Bleichmittel hergestellt werden, indem eine feuchte Masse zunächst extrudiert und anschließend in einer Granuliertvorrichtung nachgranuliert oder in einem Marumerizer verrundet wird. Nach einem Trocknungsvorgang werden die so erhaltenen Granulate mit konventionellen Tablettiermaschinen in die portionierte Form gepreßt.

Zu den üblichen Tablettenpressen gehören solche, die beispielsweise in der deutschen Patentanmeldung 15 02 303, in dem deutschen Gebrauchsmuster 88 16 064.5 oder in den US-amerikanischen Patentschriften 3 371 136, 3 337 915 und 3 118 183 beschrieben sind.

Die europäische Patentanmeldung 328 880 (Colgate) beschreibt die Herstellung von Waschmitteln auf der Basis von Tensiden und zugehörigen hydratisierbaren Buildersubstanzen in extrudierter Strang- bzw. Stäbchenform und schildert darüber hinaus, daß aus diesen primär gewonnenen strangförmigen Extrudaten durch leichtes Verpressen portionierte Produkte in "Patty form" hergestellt werden. Die Dimensionen des portionierten Preßlings sind dabei so bemessen, daß eine Tablette - gegebenenfalls auch etwa eine halbe Tablette - den Waschmittelbedarf eines maschinellen Waschvorgangs erfüllt. Die Lehre dieser Druckschrift schildert die oben nur angedeuteten vielgestaltigen Schwierigkeiten für die Angebotsform derartiger portionierter Textilwaschmittel. Die in dieser Europäischen Patentanmeldung 328 880 beschriebene technische Lösung sieht die folgenden wesentlichen Elemente vor: sowohl in der ersten Verfahrensstufe der strangförmigen Extrusion des Wirkstoffgemisches als auch in der nachfolgenden Vereinigung dieser Extrudate zur "patty form" wird mit Mischungen gearbeitet, die einen vergleichsweise hohen Wasseranteil aufweisen, wodurch der Einsatz extrem niedriger Verformungsdrucke ermöglicht wird. Als Druckbereich für die Extrusion werden etwa 0,1 bis 0,5 bar angegeben, der gleiche Druckbereich soll bei der Vereinigung des primär gewonnenen Strangextrudats zur patty-artigen Form eingesetzt werden. Durch den relativ hohen Wassergehalt von 20 bis 35 Gew.-% wird die feste Mischung der Waschmittelbestandteile praktisch unter Normalbedingungen plastifiziert und zeigt in dieser Form kohärente und sogar flexible Eigenschaften. Die Dichte solcher Mischungen wird mit etwa 700 bis 800 g/l angegeben. Die portionierten Formkörper sollen dann einzeln in aufreißbare Polymerfolien, insbesondere PVC-Folien eingehüllt werden.

Die Aufgabe der Erfindung bestand darin, ein Wasch- und Reinigungsmittel in Form eines portionierten Preßlings herzustellen, der eine gute Lagerfähigkeit unter Bewahrung einer hohen Stoß- und Schlagfestigkeit aufweist, ohne daß es der Einhüllung des Preßlings in eine wasserdampfdichte Folie bedarf. Dabei soll der



Preßling bei dem Kontakt mit einer wässrigen Phase, wie bei der Anwendung in einer Wasch- und Reinigungsflotte, schnell zerfallen.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend in einer ersten Ausführungsform ein Verfahren zur Herstellung von Wasch- und Reinigungsmitteln in Form portionierter Preßlinge, wobei verdichtete Granulate zu diesen portionierten Preßlingen verpreßt werden. Die Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten "verdichteten Granulate" ist Inhalt der älteren Anmeldung DE 39 26 253 (WO 91 02047). Dabei wird ein homogenes Vorgemisch unter Zusatz eines Plastifizier- und/oder Gleitmittels über Lochformen mit vorgegebenen Öffnungsweiten bei hohen Drucken zwischen 25 und 200 bar strangförmig verpreßt. Der Strang wird direkt nach dem Austritt aus der Lochform mittels einer Schneidevorrichtung auf die vorbestimmte Granulatdimension zugeschnitten. Die Anwendung des hohen Arbeitsdrucks bewirkt die Plastifizierung des Vorgemischs bei der Granulatbildung und stellt die Schneidfähigkeit der frisch extrudierten Stränge sicher.

Das Vorgemisch besteht wenigstens anteilsweise aus festen, vorzugsweise feinteiligen üblichen Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln, denen gegebenenfalls flüssige Bestandteile zugemischt sind. Die festen Inhaltsstoffe können durch Sprühtrocknung gewonnene Turmpulver, aber auch Agglomerate, welche die jeweils gewählten Mischungsbestandteile als reine Stoffe, die in feinteiligem Zustand miteinander vermischt werden, sowie Mischungen aus Agglomeraten und Turmpulver sein. Im Anschluß daran werden gegebenenfalls die flüssigen Inhaltsstoffe zugegeben und dann das erfindungsgemäß ausgewählte Plastifizier- und/oder Gleitmittel eingemischt.

Die als Hilfsmittel eingesetzten Plastifizier- und/oder Gleitmittel können bei Raumtemperatur fließfähig, gelartig oder pastös sein, ohne daß die Mitverwendung einer zusätzlichen Flüssigphase erforderlich ist. Bevorzugte Plastifizier- und/oder Gleitmittel stellen Zubereitungen auf Basis tensidischer Komponenten und/oder auf Basis wasserlöslicher oder wasser-emulgierbarer bzw. wasserdispersierbarer Polymerverbindungen dar. Beispiele für ein Plastifizier- und/oder Gleitmittel, daß ohne Mitverwendung einer zusätzlichen Flüssigphase eingesetzt werden kann, sind zahlreiche Typen der in Wasch- und Reinigungsmitteln üblicherweise eingesetzten nichtionischen Tenside.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden jedoch Plastifizier- und/oder Gleitmittel eingesetzt, die unter Mitverwendung begrenzter Mengen an Hilfsflüssigkeiten hergestellt worden sind. Hier kommen vorzugsweise organische Flüssigphasen in Betracht, die wasserlöslich bzw. wassermischbar sind. Aus Gründen der Verfahrenssicherheit kann es zweckmäßig sein, vergleichsweise hochsiedende organische Flüssigkeiten, gegebenenfalls in Abmischung mit Wasser, einzusetzen. Beispiele hierfür sind höher siedende, gegebenenfalls polyfunktionelle Alkohole, bei Raumtemperatur oder mäßig erhöhten Temperaturen fließfähige Polyalkoxylate und dergleichen. Insbesondere sind jedoch wäßrige Zubereitungen der Plastifizier- und/oder Gleitmittel bevorzugt.

Die als Plastifizier- und/oder Gleitmittel eingesetzten Tenside und/oder Polymerverbindungen werden vorteilhafterweise in derart konzentrierter Form in das Verfahren eingebracht, daß die Beschaffenheit der plastischen, gleitend verpreßbaren Masse schon mit geringen Mengen dieser Hilfsmittel eingestellt werden kann. Vorzugsweise werden sie in pastöser Form und in Mengen nicht über 12 Gew.-%, insbesondere in Mengen zwischen 0,5 und 10 Gew.-%, und mit besonderem Vorteil zwischen 3 bis 8 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmischung, eingesetzt. Geeignet sind insbesondere wenigstens 30 Gew.-%ige, vorzugsweise wenigstens 40 Gew.-%ige Pasten und Gele.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform werden Tensidzubereitungen mit einem Tensidgehalt von wenigstens 50 Gew.-%, insbesondere von 50 bis 70 Gew.-%, verwendet. Insbesondere diese hochkonzentrierten wäßrigen Tensidmischungen zeigen ein Zustandsbild, das als pastenförmige oder gelartige Zubereitungsform mit Schmiermittelcharakter bezeichnet werden kann. Zusätzlich bilden diese Tensidkomponenten in einer weiteren Ausführungsform, in der die primär gebildeten Granulate aufgetrocknet werden, bindemittelartig wirkende Deck- und Zwischenschichten aus, die mitverantwortlich für den Zusammenhalt des Granulats sind. Anionischen Tensidsalzen, insbesondere Sulfaten und Sulfonaten, aus der breiten Palette der für Wasch- und Reinigungsmittel hier vorgeschlagenen Verbindungen, die gegebenenfalls zusammen mit üblichen nichtionischen Verbindungen eingesetzt werden, kann dabei besondere Bedeutung zukommen. Als Beispiel sei bei der Herstellung von Textilwaschmitteln ein Gemisch aus mindestens zwei Pulverkomponenten (Turmpulver/Tragerbead) mit oder ohne Zusatz von Natriumperborat (Monohydrat und/oder Tetrahydrat) unter Zusatz von 2 bis 5 Gew.-% Wasser und 4 bis 8 Gew.-% einer 55 bis 65 Gew.-%igen C<sub>9</sub>-C<sub>13</sub>-Alkylbenzolsulfonat-Paste (ABS-Paste) genannt. Gleichermäßen bevorzugt ist der Einsatz von 3 bis 8 Gew.-% einer 50 bis 60 Gew.-%igen wäßrigen Paste eines Alkylpolyglykosids (APG) der allgemeinen Formel RO(G)<sub>x</sub>, in der R einen primären geradkettigen oder in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 8 bis 18 C-Atomen bedeutet, G ein Symbol ist, das für eine Glykose-Einheit mit 5 oder 6 C-Atomen steht, und der Oligomerisierungsgrad x zwischen 1 und 10 liegt. Weitere bevorzugte Plastifizier- und/oder Gleitmittel auf tensidischer Basis sind Mischungen aus ABS- und APG-Pasten, sowie Mischungen aus APG : ethoxylierter Fettal-

kohol: Wasser im Verhältnis 0,5-1 : 1-1,5 : 1, wobei der Gehalt an APG in diesem Fall als Aktivsubstanz und nicht als Paste gerechnet wird.

Ebenso wie der Einsatz von Tensiden ist heute die Mitverwendung von Polymerverbindungen in zahlreichen Wasch- und Reinigungsmitteln üblich, da die Polymerverbindungen beispielsweise als Gerüstsubstanz mit der Fähigkeit zur Bindung von Wasserhärte wirken. Beispiele hierfür sind Polymere mit einem Gehalt an Carboxylgruppen, die auch in der Salzform z.B. als Alkalisalz vorliegen können, wie die Natrium- oder Kaliumsalze homopolymerer oder copolymerer Polycarboxylate, beispielsweise Polyacrylate, Polymethacrylat und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche aus 50 % bis 10 % Maleinsäure. Die relative Molekülmasse der Homopolymeren liegt im allgemeinen zwischen 1 000 und 100 000, die der Copolymeren zwischen 2 000 und 200 000, vorzugsweise 50 000 bis 120 000, bezogen auf die freie Säure. Geeignete, wenn auch weniger bevorzugte Verbindungen dieser Klasse sind Copolymere der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit Vinylethern, wie Vinylmethylethern, Vinylestern, Acrylamid oder Methacrylamid, Ethylen, Propylen und Styrol, in denen der Anteil der Säure mindestens 50 % beträgt. Aber auch zur Verbesserung des Schmutztragevermögens einer wässrigen Waschflotte werden Polymerverbindungen eingesetzt. Beispiele hierfür sind Carboxymethylcellulose (CMC) und/oder Methylcellulose (MC).

Insbesondere hochkonzentrierte wässrige Zubereitungsformen dieser Polymerverbindungen zeichnen sich wie die tensidischen Zubereitungen durch einen ausgeprägten Schmiercharakter aus. Gleichzeitig trocknen diese Polymerkomponenten bei der Ausbildung des Granulatkorns zu Polymerfilmen auf, die einerseits den Zusammenhalt des Korns fördern, andererseits bei Zugabe in insbesondere wässrige Medien leicht wieder in den Zustand der Lösung bzw. Emulsion oder Dispersion übergehen. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von 3 bis 8 Gew.-% einer 30 bis 50 Gew.-%igen Lösung eines polymeren Salzes, insbesondere eines copolymeren Salzes aus Acrylsäure und Maleinsäure, in Wasser als Plastifizier- und/oder Gleitmitteln. Vorteilhaft sind ebenso Mischungen aus diesen Polymerlösungen und den tensidischen, insbesondere den anionentensidischen Plastifizier- und/oder Gleitmitteln.

Die Praxis kennt zahlreiche weitere natürliche oder synthetische Polymertypen, die hier ebenso als Plastifizier- und/oder Gleitmittel Verwendung finden können. Lediglich als Beispiel seien hier Gelatine, Stärke und Stärkederivate sowie Polyvinylalkohol genannt.

Aus Gründen der hinreichenden Durchfeuchtung bzw. um ein Stauben des Vorgemisches zu vermeiden, können geringfügig größere Flüssigkeitsmengen benötigt werden. Im allgemeinen ist es zweckmäßig, diese zusätzlichen Anteile als solche dem Vorgemisch und nicht etwa die als Gleitmittel eingesetzten Tensidpasten und/oder Polymerlösungen stärker zu verdünnen. Die Einführung solcher Flüssigkeitsmengen kann vor, während oder nach der Einarbeitung des Plastifizier- und/oder Gleitmittels erfolgen, wobei der Zusatz vor der Einarbeitung des Plastifizier- und/oder Gleitmittels bevorzugt ist. Es kommen jedoch nur derart beschränkte Mengen an Flüssigphase(n) zum Einsatz, daß zunächst beim einfachen Vermischen eine rieselfähige, pulverförmige Struktur des Vorgemisches auch nach der Zugabe des Plastifizier- und/oder Gleitmittels erhalten bleibt. Der Gehalt des jeweiligen Stoffgemisches an freiem, nicht als Kristallwasser oder in vergleichbarer Form gebundenem Wasser liegt in dieser Verarbeitungsstufe vorzugsweise bei bis zu 12 Gew.-%, vorzugsweise bis zu 10 Gew.-% und insbesondere im Bereich von etwa 4 bis 8 Gew.-%. Eingeschlossen ist in diesem Betrag der Wasseranteil, der über das Plastifizierhilfsmittel mit Schmiercharakter eingetragen wird.

Gewünschtenfalls können nach der Zugabe des Plastifizier- und/oder Gleitmittels auch noch weitere Feststoffe zu dem Vorgemisch zugegeben werden. Die Gesamtmasse wird kurz nachgemischt, wobei ein festes und bevorzugt rieselfähiges Vorgemisch anfällt, das zur Beschickung einer Homogenisierungsanlage geeignet ist.

Als Homogenisiervorrichtung können bevorzugt Knetter beliebiger Ausgestaltung, beispielsweise 2-Schnecken-Knetter gewählt werden. In der Regel kann es zweckmäßig sein, in diesem Schritt der Homogenisierung eine sichere Temperaturkontrolle des zu verarbeitenden Gemisches zu wahren, wobei im Einzelfall die Zusammensetzung des Gemisches für den jeweilig optimalen Temperaturbereich mitbestimmend sein kann. Der intensive Mischvorgang kann dabei bereits aus sich heraus zur gewünschten Temperatursteigerung führen. Mäßig erhöhte Temperaturen von beispielsweise maximal etwa 60 bis 70 °C werden in der Regel nicht überschritten. Bei der Mitverarbeitung von temperaturempfindlichen Substanzen - beispielsweise Perboratverbindungen - kann die Einhaltung niedriger Temperaturen (beispielsweise etwa 40 bis 45 °C) vorteilhaft sein.

Unter der Schereinwirkung der Knetvorrichtung und des sich darin aufbauenden hohen Druckes von 25 bis 200 bar, vorzugsweise 30 bis 200 bar, wird das Vorgemisch so intensiv durchmischt und verknetet, daß das zuvor fest und trocken erscheinende Gemisch zur verdichteten, plastifizierten und formgebend verpreßbaren Masse aufgearbeitet wird. Gleichzeitig wird dadurch die Schneidfähigkeit des homogenisierten Gemisches sichergestellt.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird das rieselfähige Vorgemisch vorzugsweise kontinuierlich ei-

5 nem 2-Schnecken-Kneter (Extruder) zugeführt, dessen Gehäuse und dessen Extruder-Granuliertopf auf die vorbestimmte Extrudiertemperatur, beispielsweise auf 40 bis 60 °C, aufgeheizt sind. Unter der Schereinwirkung der Extruderschnecken wird das Vorgemisch bei Drucken von 50 bis 200 bar, insbesondere bei Drucken von 80 bis 180 bar verdichtet, plastifiziert, in Form feiner Stränge durch die Lochdüsenplatte im Extrudertopf extrudiert, und schließlich wird das Extrudat mittels eines rotierenden Abschlagmessers vorzugsweise zu kugelförmigen bis zylindrischen Granulatkörnern zerkleinert. Der Lochdurchmesser in der Lochdüsenplatte und die Strangsnittlänge werden dabei auf die gewählte Granulatdimension abgestimmt. In dieser Ausführungsform gelingt die Herstellung von Granulaten einer im wesentlichen gleichmäßig vorbestimmbaren Teilchengröße. Absolute Teilchengrößen können beispielsweise im Bereich von einigen Zehntel Millimetern bis zu einigen Zentimetern liegen, beispielsweise also im Bereich von etwa 0,3 mm bis zu 1 bis 2 cm. Im allgemeinen werden allerdings Teilchendurchmesser bis höchstens 0,8 cm, beispielsweise im Bereich von 0,5 bis 5 mm und insbesondere im Bereich von etwa 0,8 bis 3 mm bevorzugt sein. Das Länge/Durchmesser-Verhältnis des abgeschlagenen primären Granulatkorns liegt dabei vorzugsweise im Bereich von etwa 1 : 1 bis etwa 3 : 1.

Die Arbeitsschritte der Homogenisierung, der Verdichtung und der Verpressung des jeweils eingesetzten Vorgemisches benötigen nur sehr kurze Zeiträume. Üblicherweise werden Zeiträume im Minutenbereich, vorzugsweise weniger als 5 Minuten und insbesondere nicht mehr als 3 Minuten benötigt, um vom Vorgemisch bis zum verdichteten plastifizierten primären Granulatkorn zu kommen.

20 Im allgemeinen ist es nicht erforderlich, gegebenenfalls aber in Abhängigkeit von der Rezeptur vorteilhaft, die strangförmig aus der Lochplatte austretende Masse durch Schockkühlung, insbesondere durch Einblasen von Kaltluft in den Granulier-Messerbereich wenigstens oberflächlich partiell abzukühlen. Gleichzeitig findet eine partielle Entfernung von Oberflächenwasser des gebildeten Primärgranulats statt. Falls erforderlich, kann das Verkleben der noch plastifizierten Granulatkörner auf diese Weise sicher verhindert werden.

25 Die Granulierung ist in diesem ersten Verfahrensschritt allerdings nicht auf die Verarbeitung des plastifizierten Vorgemisches über Extruderschnecken und im Extrudertopf angeordnete Lochplatten der beschriebenen Art eingeschränkt. Auch durch übliche Pelletpressen und ähnliche Granuliereinrichtungen lassen sich erfindungsgemäß plastifizierte, verdichtete und homogenisierte Stoffgemische zu einem verdichteten Primärgranulat granulieren.

30 Normalerweise ist das Einmischen geringer Mengen an Trockenpulver in das primär anfallende und noch plastifizierte Granulat nicht notwendig. Dadurch läßt sich jedoch ein unerwünschtes Verkleben der Granulatkörner miteinander vor ihrer abschließenden Trocknung mit Sicherheit ausschließen. Geeignete Pulver können übliche Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln sein. Ein geeigneter Inhaltsstoff ist beispielsweise Zeolithpulver in Waschmittelqualität, beispielsweise entsprechendes Zeolith NaA-Pulver. Wichtigen Hilfsstoffen, die in dieser Verfahrensstufe mitverwendet werden können, kommt aber gegebenenfalls eine weiterführende Bedeutung für die spätere Wiederauflösung des portionierten Präblings zu. In Betracht kommen hier vor allem feinpulvrige anorganische oder organische Zusatzstoffe, beispielsweise mit der Fähigkeit zu Quellung und/oder Gasbildung in wäßriger Phase, die als Sprengmittel wirksam sind, und/oder unlösliche Komponenten, die das rasche Eindringen der wäßrigen Phase in den portionierten Präbling fördern. Hier hat sich insbesondere der Einsatz von mikrokristalliner Cellulose bewährt. Einzelheiten hierzu werden jedoch später noch angegeben.

Die Einmischung dieser Pulver kann in üblichen Mischvorrichtungen oder marktgängigen Rondiergeräten, in denen die Granulate durch Abrundung der vorliegenden Kanten eine kugelförmige oder wenigstens annähernd kugelförmige Gestalt erhalten, vorgenommen werden. Bevorzugte Rondiergeräte besitzen eine rotierende Bodenscheibe, wobei durch die Variation der Verweilzeit des Granulats im Rondiergerät und/oder der Rotationsgeschwindigkeit der Scheibe der gewünschte Abrundungsgrad eingestellt werden kann.

Im Anschluß daran wird das Primärgranulat vorzugsweise einem Trocknungsschritt, beispielsweise einem Wirbelschichttrockner, zugeführt, in dem bei mäßig angehobenen Zulufttemperaturen, insbesondere bis maximal 80 °C entsprechend mäßige Produkt-Endtemperaturen von beispielsweise zwischen 55 bis 60 °C eingestellt, dann aber auch nicht überschritten werden. Nach hinreichender Trocknung erfolgt die Kühlung des Produkts beispielsweise mit Kaltluft. Hier kann der Gehalt an freiem Wasser im Granulat abgesenkt werden. Bevorzugte Restgehalte an nicht gebundenem Wasser liegen bei Werten bis etwa 1 Gew.-%, vorzugsweise im Bereich von etwa 0,1 bis 0,5 Gew.-%. Das anfallende sehr staubarme Produkt kann zur Entfernung geringer mitgebildeter Grobanteile klassiert, beispielsweise abgesiebt werden. Der erfindungsgemäß einzustellende Kornanteil liegt dabei in aller Regel oberhalb 90 %, vorzugsweise oberhalb 95 % des granulierten Materials.

55 Wenigstens anteilsweise ist aber auch die "innere Trocknung" der Granulate möglich: Durch die Mitverwendung von feuchtigkeitsbindenden Bestandteilen im Vorgemisch kann in der kurzen Verarbeitungszeitspanne der plastifizierende Effekt der vorgelegten Flüssiganteile ausgenutzt werden; dann findet durch die Bindung wenigstens partieller Anteile dieser Flüssiganteile durch die eingemischten Bestandteile eine Trock-

nung des Granulats "von innen heraus" statt, so daß die äußere Trocknung abgekürzt werden kann oder ganz entfällt. Bestandteile, die in der Lage sind, Wasser in Form von Kristallwasser zu binden, sind beispielsweise Natriumsulfat und/oder Natriumcarbonat in wasserfreier oder wasserarmer Form oder auch ein von Kristall-

5

wasser anteilsweise befreiter Zeolith.  
In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können die primär gebildeten und noch plastischen Granulatkörner vor, während und/oder nach einer gegebenenfalls vorgenommenen Abrundung mit weiteren Wirkstoffen beaufschlagt werden. Vorzugsweise können aber auch beispielsweise empfindliche, insbesondere temperaturempfindliche Rezepturbestandteile dem aufgetrockneten Granulat zugegeben, z.B. aufgesprüht und/oder als getrennt ausgebildetes Granulat unter Ausbildung eines Mehrkorngemisches zugemischt werden. Analog zur konventionellen Waschmittelaufbereitung können empfindliche Rezepturbestandteile, wie Bleichmittel, Aktivatoren für Bleichmittel, Enzyme, Entschäumer, insbesondere Silikonentschäumer, Parfüm und dergleichen den verdichteten Granulaten vor der abschließenden portionierenden Verpressung zugesetzt werden. In der Regel wird es sich dabei um temperaturempfindliche Stoffe handeln, die in Mengen unter 20 Gew.-%, vorzugsweise unter 10 Gew.-% und insbesondere unter 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf die gesamte Mischung, zum Einsatz kommen. Bleichmittel wie Perborat können nach der Lehre der deutschen Patentanmeldung 39 26 253 (WO 91 02047) auch mit in das verdichtete Granulat eingebracht werden. Vorteilhafterweise sind mehr als 60 Gew.-% und insbesondere mehr als 70 Gew.-% der gesamten Mischung nach diesem Verfahren gewonnene verdichtete Granulate.

20

In einer besonders wichtigen Ausführungsform der Erfindung werden Granulatsysteme eingesetzt, die eine Kombination von verdichteten Granulaten unterschiedlicher Zusammensetzung darstellen. Auf diese Weise gelingt die lagerstabile Vereinigung potentiell reaktiver oder zumindest nur begrenzt verträglicher Komponenten. Dabei werden ausgewählte und insbesondere miteinander verträgliche Komponenten in das verdichtete Granulat überführt und dann mit anderen verdichteten Granulaten vor der Ausbildung des portionierten Preßlings vereinigt, ohne daß unerwünschte Reaktionen bei der Lagerung und dem Vertrieb der Preßlinge zu befürchten wären. Ein Beispiel hierfür sind übliche Textilwaschmittel, die in der neuen Aufbereitungsform jetzt jedoch wenigstens zwei Granulattypen in Mischung miteinander einsetzen. In einer ersten, beispielsweise kugelförmigen Granulattypen wird die Bleichmittelkomponente, insbesondere kristallwasserhaltiges Perborat und Natriumcarbonat unter Mitverwendung eines Anteils der Plastifizier- und/oder Gleitmittel pelletiert, in einem getrennten zweiten Granulat Korn wird der als Waschmittelbuildersubstanz eingesetzte Zeolith, insbesondere Zeolith NaA in Waschmittelqualität mit dem Rest der Waschmittelbestandteile verpreßt. Die Lagerstabilität des Mischproduktes substantiell beeinflussende Interaktionen zwischen Perborat und Zeolith - wie sie in pulverförmigen Aufbereitungen zu berücksichtigen sind - sind auf diese Weise ausgeschlossen.

25

30

Die Dichte und damit auch das Schüttgewicht des Granulats wird durch die beim Verpressen des homogenisierten Materials durch die Lochplatten eingesetzten Arbeitsdrucke maßgeblich mitbestimmt. Durch den Aufbau einer hinreichend verdichteten Grundstruktur in der zu verpressenden Masse und Einsatz entsprechend hoher Drucke lassen sich z.B. bei üblichen Textilwaschmittel-Rezepturen Schüttgewichte deutlich oberhalb 700 g/l, vorzugsweise oberhalb 750 g/l und insbesondere im Bereich von etwa 800 bis annähernd 1 000 g/l verwirklichen. So sind auf der Basis handelsüblicher Textilwaschmittelformulierungen Schüttgewichte im Bereich von 850 bis 980 g/l bei gleichzeitig guter Rieselfähigkeit und einer bevorzugt homogenen einheitlichen kugelförmigen Kornstruktur einstellbar. In ähnlichen Ansätzen sind rieselfähige Granulate im Trockenzustand mit einem einheitlichen Schüttgewicht von 950 bis 980 g/l bei einer durchschnittlichen Teilchengröße der kugelförmigen Granulate im Bereich von etwa 1 mm verwirklicht worden.

35

40

Es hat sich gezeigt, daß die verdichteten Granulate bzw. Granulatmischungen, die mindestens zu 60 Gew.-% aus den verdichteten Granulaten bestehen, im abschließenden Portionierungsschritt beträchtlichen Drucken ausgesetzt werden können, ohne daß eine Zerstörung der Struktur der verdichteten Granulate eintritt, wodurch die Schlag- und Bruchfestigkeit der portionierten Preßlinge in unerwünschter Weise abgesenkt würde. Der bei der portionierenden Verpressung eingesetzte Druck liegt vorzugsweise im Bereich von 1 bis 300 bar (10 bis 3000 N/cm<sup>2</sup>), vorteilhafterweise im Bereich von 5 bis 200 bar (50 bis 2000 N/cm<sup>2</sup>) und insbesondere zwischen 10 und 150 bar (100 bis 1500 N/cm<sup>2</sup>). Die Preßbedingungen sind im jeweiligen speziellen Fall üblicherweise auf die Einstellung der gewünschten Löslichkeit des portionierten Preßlings bei gleichzeitig ausreichender Festigkeit bzw. Härte des Preßlings zu optimieren. Dabei gilt in an sich bekannter Weise, daß höhere Preßdrucke eine Verminderung der Lösegeschwindigkeit des Preßlings in Wasser bewirken. Bevorzugte Preßlinge weisen eine Bruchfestigkeit von mindestens 55 N und insbesondere zwischen 60 bis 120 N auf.

50

55

In einer wichtigen Ausführungsform werden Primärgranulate eingesetzt, deren Zusammensetzung sich insbesondere durch unterschiedliche Tensidgehalte auszeichnet. So kann es zweckmäßig sein, Mischungen einzusetzen, die einerseits Niotensid-haltige Granulate und andererseits Granulate beinhalten, die wenigstens weitgehend frei sind von Niotensiden und beispielsweise im wesentlichen Aniontenside als Plastifizierungsmittel enthalten. Preßlinge dieser Art zerfallen bei Wasserzutritt häufig schneller als Vergleichsprodukte, de-

ren Niotensidgehalt auf das gesamte kornförmige Gut verteilt ist.

Die Verpressung der Granulate bzw. der Granulatgemische erfolgt üblicherweise bei Raumtemperatur oder bestenfalls schwach erhöhten Temperaturen, beispielsweise im Temperaturbereich bis etwa 50 °C. Bevorzugt wird das Verpressen im Bereich der Raumtemperatur, also im Bereich von etwa 18 bis 30 °C vorgenommen. Die Dauer des Verpressungsvorgangs wird durch den jeweils gewählten Maschinentyp bestimmt. Sie beträgt in der Regel weniger als 1 Minute und liegt üblicherweise im Bereich von wenigen Sekunden oder noch deutlich darunter.

Die bei der formgebenden portionierenden Verpressung eingestellten Dichten in der Preßmasse werden durch die vorgegebenen Dichten des Einsatzmaterials, die Wahl der gegebenenfalls mitverwendeten nichtgranulierten Mischungskomponenten und die Bedingungen der formgebenden Verpressung bestimmt. Portionierte Preßlinge im Sinne der Erfindung zeigen Dichten, die wenigstens etwa der Granulatdichte aus der ersten Verfahrensstufe entsprechen, in der Regel allerdings deutlich darüber liegen. So sind Dichtewerte (in g/cm<sup>3</sup>) oberhalb von 1 und insbesondere oberhalb von 1,1 bis nahezu zur theoretischen Dichte des Mehrstoffgemisches charakteristische Maßzahlen. Auf dem Gebiet der Hochleistungs-Universalwaschmittel für Textilien können portionierte Preßlinge mit Dichten im Bereich von etwa 1,2 bis 1,5 hergestellt werden, ohne wesentliche Rezepturabweichungen gegenüber handelsüblichen Produkten vornehmen zu müssen.

Die portionierten Preßlinge können in vorbestimmter Raumform und vorbestimmter Größe gefertigt werden.

Als Raumform kommen praktisch alle sinnvoll handhabbaren Ausgestaltungen in Betracht, beispielsweise also die Ausbildung als Tafel, die Stab- bzw. Barrenform, Würfel, Quader und entsprechende Raumelemente mit ebenen Seitenflächen sowie insbesondere zylinderförmige Ausgestaltungen mit kreisförmigem oder ovalem Querschnitt. Diese letzte Ausgestaltung erfaßt dabei die Darbietungsform von der Tablette bis zu kompakten Zylinderstücken mit einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser oberhalb 1.

Die portionierten Preßlinge können dabei jeweils als voneinander getrennte Einzelelemente ausgebildet sein, die der vorbestimmten Dosiermenge der Wasch- und/oder Reinigungsmittel entspricht. Ebenso ist es aber möglich, Preßlinge auszubilden, die eine Mehrzahl solcher Masseneinheiten in einem Preßling verbinden, wobei insbesondere durch vorgegebene Sollbruchstellen die leichte Abtrennbarkeit portionierter kleinerer Einheiten vorgesehen ist. Für den Einsatz von Textilwaschmitteln in Maschinen des in Europa üblichen Typs mit horizontal angeordneter Mechanik kann die Ausbildung der portionierten Preßlinge als Tabletten, in Zylinder- oder Quaderform zweckmäßig sein, wobei ein Durchmesser/Höhe-Verhältnis im Bereich von etwa 0,5 : 2 bis 2 : 0,5 bevorzugt ist. Handelsübliche Hydraulikpressen, Excenterpressen oder Rundläuferpressen sind geeignete Vorrichtungen insbesondere zur Herstellung derartiger Preßlinge.

Weitere wichtige Inhaltsstoffe der portionierten Preßlinge können Tablettierhilfsstoffe ohne Eigenwirkung im Wasch- und Reinigungsprozeß, aber auch Zusatzstoffe sein, die als Lösungs- bzw. Zerfallhilfen der portionierten Preßlinge bei der Einwirkung einer wäßrigen Flüssigphase dienen und die vorzugsweise den Primärgranulaten nach Abschluß der ersten Verfahrensstufe und vor der portionierenden Verpressung in Mengen von nicht mehr als 15 Gew.-% und insbesondere nicht mehr als 10 Gew.-%, bezogen auf den gesamten Preßling, zugesetzt werden. Lediglich beispielhaft seien hier zwei Klassen dargestellt, die als Sprengmittel und/oder als kalt-lösliche Mischungskomponenten bezeichnet seien.

Den Zerfall der portionierten Preßlinge fördernde Sprengmittel können quellfähige Komponenten anorganischer und/oder organischer Natur sein. Typische Sprengmittel auf anorganischer Basis sind beispielsweise feinteilige quellfähige Schichtsilikate von der Art der Bentonite. Organische Sprengmittel können Naturstoffe bzw. Naturstoffderivate auf Stärke- und/oder Cellulosebasis, Alginat und dergleichen sein. Typische Beispiele, die in beschränkten Mengen hier mitverwendet werden können, sind etwa Natriumalginat, vernetzte Kartoffelstärke, Methylcellulose und/oder Hydroxypropylcellulose und vor allen Dingen mikrokristallines Cellulosepulver. Sprengmittel der geschilderten Art können in Mengen zwischen 5 und 10 Gew.-% eingesetzt werden. Besondere Bedeutung können auch rein synthetische Sprengmittel haben, wie sie beispielsweise in Form der Alkalisalze von Polyacrylaten bzw. Polymethacrylaten mit vergleichsweise niedrigen relativen Molekülmassen bekannt sind. Polymere dieser Art mit durchschnittlichen relativen Molekülmassen von etwa 1000 bis 5000 und insbesondere im Bereich von etwa 1000 bis 3000 zeichnen sich durch starke Dispergierwirkung schon bei sehr geringem Einsatz aus, so daß hier schon Zusatzmengen unter 1 Gew.-% zu einer substantiellen Beschleunigung des Primärzerfalls der portionierten Preßlinge führen können.

Typische Beispiele für kalt-lösliche Mischungskomponenten sind leichtlösliche anorganische und/oder organische Salze. Als Beispiele seien genannt Alkalipercarbonate und Alkaliacetate, aber auch leicht wasserlösliche Verbindungen von der Art des Harnstoffs. Natriumacetat ist eine an sich bekannte Tablettierhilfe, die auch im Rahmen der Erfindung sowohl bei der Herstellung des Feststoffkörpers wie bei dessen bestimmungsgemäßer Auflösung bei Wasserzutritt Hilfen gibt. Percarbonate zeigen ebenso wie eine Reihe der zuvor unter den Sprengmitteln aufgezählten quellfähigen feinteiligen Zusatzstoffe sowohl eine erwünschte Eigenwirkung

im Sinne der Wasch- und Reinigungsmittel als auch die zusätzliche Wirkung als Tablettierhilfsmittel.

Werden im Rahmen der Erfindung übliche Wasch- und Reinigungsmittel erstellt, die nichtionische Tenside enthalten, dann kann es in Abhängigkeit von der Menge der nichtionischen Tenside von Vorteil sein, wenn der  
 5 nichtensidhaltigen Mischung vor der portionierenden Verpressung Phlegmatisierungsmittel zugesetzt werden, die eine unerwünschte Niotensidquellung und somit die Ausbildung eines wäßrigen/niotensidischen Geles in der Außenhülle des Preßlings bei der Zugabe von Wasser verhindern soll. Eine Gelhülle würde den weiteren Wasserdurchtritt und damit den raschen Zerfall des Preßlings verhindern. Eine wirkungsvolle Abhilfe gegen  
 10 diese vorzeitige Niotensidquellung wird insbesondere durch bei Raumtemperatur oder wenigstens schwach erhöhten Temperaturen fließfähige Phlegmatisierungsmittel bewirkt. Beispiele hierfür sind etwa Paraffinöle, Esteröle, bei Raumtemperatur fließfähige höhere Alkohole und/oder deren Ether bzw. deren bei mäßig erhöhten Temperaturen schmelzende Homologen. In einer Ausführungsform der Erfindung kann es zweckmäßig sein, Kombinationen solcher Phlegmatisierungsmittel zusammen mit Sprengmitteln und/oder kalt-löslichen Hilfsstoffen einzusetzen.

15 Die im Zusammenhang mit der Niotensid-Phlegmatisierung beschriebenen Hilfsmittel können insbesondere auch als Außenhülle auf den portionierten Preßling aufgebracht werden, unter anderem wird hierdurch die Resistenz des portionierten Preßlings gegen den Einfluß von Luftfeuchtigkeit erhöht. Wichtig kann das in solchen speziellen Fällen sein, in denen aufgrund der gewählten Grundzusammensetzung die Preßlinge doch noch eine unerwünschte Sensibilität gegen Luftfeuchtigkeit, insbesondere bei längerem Lagern zeigen.

20 In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung werden Wasch- und Reinigungsmittel beansprucht, die in Form der beschriebenen portionierten Preßlinge vorliegen und die übliche Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln, beispielsweise anionische und nichtionische Tenside, Gerüstsubstanzen, anorganische Elektrolyte, Vergraugungsinhibitoren, Schaumhibitoren, Bleichmittel und Bleichaktivatoren, optische Aufheller, Enzyme, Textilweichmacher sowie Farb- und Duftstoffe enthalten.

25 Als anionische Tenside sind z. B. Seifen aus natürlichen oder synthetischen, vorzugsweise gesättigten Fettsäuren brauchbar. Geeignet sind insbesondere aus natürlichen Fettsäuren, z. B. Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleitete Seifengemische. Bevorzugt sind solche, die zu 50 bis 100 % aus gesättigten C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäureseifen und zu 0 bis 50 % aus Ölsäureseife zusammengesetzt sind.

Weiterhin geeignete synthetische anionische Tenside sind solche vom Typ der Sulfonate und Sulfate.

30 Als Tenside vom Sulfonattyp kommen Alkylbenzolsulfonate, insbesondere C<sub>9</sub>-C<sub>13</sub>-Alkylbenzolsulfonate, Olefinsulfonate, d.h. Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonaten sowie Disulfonaten, wie man sie beispielsweise aus C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Monoolefinen mit end- oder innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschließende alkalische oder saure Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält, in Betracht. Geeignet sind auch Dialkansulfonate, die aus C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Alkanen durch Sulfochlorierung oder  
 35 Sulfoxidation und anschließende Hydrolyse bzw. Neutralisation bzw. durch Bisulfidaddition an Olefine erhältlich sind, sowie insbesondere die Ester von  $\alpha$ -Sulfofettsäuren (Estersulfonate), z. B. die  $\alpha$ -sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren.

Geeignete Tenside vom Sulfattyp sind die Schwefelsäuremonoester aus primären Alkoholen natürlichen und synthetischen Ursprungs, d. h. aus Fettalkoholen, z. B. Kokosfettalkoholen, Talgalkoholen, Oleyalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Palmityl- oder Stearylalkohol, oder den C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub>-Oxoalkoholen, und diejenigen sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge. Auch die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid  
 40 ethoxylierten Alkohole, wie 2-Methyl-verzweigte C<sub>9</sub>-C<sub>11</sub>-Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid sind geeignet. Ferner eignen sich sulfatierte Fettsäuremonoglyceride.

Die anionischen Tenside können in Form ihrer Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze sowie als lösliche  
 45 Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin vorliegen. Der Gehalt erfindungsgemäßer Waschmittel an anionischen Tensiden bzw. an anionischen Tensidgemischen beträgt vorzugsweise 5 bis 40, insbesondere 8 bis 30 Gew.-%.

Als nichtionische Tenside sind Anlagerungsprodukte von 1 bis 40, vorzugsweise 2 bis 20 Mol Ethylenoxid an 1 Mol einer aliphatischen Verbindung mit im wesentlichen 10 bis 20 Kohlenstoffatomen aus der Gruppe  
 50 der Alkohole, Carbonsäuren, Fettamine, Carbonsäureamide oder Alkansulfonamide verwendbar. Besonders wichtig sind die Anlagerungsprodukte von 8 bis 20 Mol Ethylenoxid an primäre Alkohole, wie z. B. an Kokos- oder Talgalkohole, an Oleyalkohol, an Oxoalkohole, oder an sekundäre Alkohole mit 8 bis 18, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen.

Neben den wasserlöslichen Nonionics sind aber auch nicht bzw. nicht vollständig wasserlösliche Polyglykolether mit 2 bis 7 Ethylenglykoletherresten im Molekül von Interesse, insbesondere, wenn sie zusammen  
 55 mit wasserlöslichen, nichtionischen oder anionischen Tensiden eingesetzt werden.

Außerdem können als nichtionische Tenside auch Alkylglykoside der allgemeinen Formel R-O-(G)<sub>x</sub> eingesetzt werden, in der R einen primären geradkettigen oder in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen bedeutet, G ein Symbol ist, das für eine Glykose-Einheit

mit 5 oder 6 C-Atomen steht, und der Oligomerisierungsgrad x zwischen 1 und 10 liegt.

Als organische und anorganische Gerüstsubstanzen eignen sich schwach sauer, neutral oder alkalisch reagierende lösliche und/oder unlösliche Komponenten, die Calciumionen auszufällen oder komplex zu binden vermögen. Geeignete und insbesondere ökologisch unbedenkliche Buildersubstanzen sind beispielsweise feinkristalline, synthetische wasserhaltige Zeolithe vom Typ NaA in Waschmittelqualität. Ihre Teilchengröße liegt üblicherweise im Bereich von 1 bis 10 µm. Ihr Gehalt beträgt im allgemeinen 0 bis 40, vorzugsweise 10 bis 35 Gew.-% und insbesondere 15 bis 32 Gew.-%, bezogen auf wasserfreie Substanz. Als weitere Gerüstsubstanzen, die insbesondere zusammen mit den Zeolithen eingesetzt werden können, kommen (co-)polymere Polycarboxylate in Betracht, wie Polyacrylate, Polymethacrylate und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche aus 50 % bis 10% Maleinsäure. Die relative Molekülmasse der Homopolymeren liegt im allgemeinen zwischen 1 000 und 100 000, die der Copolymeren zwischen 2 000 und 200 000, vorzugsweise 5 000 bis 120 000, bezogen auf freie Säure. Ein besonders bevorzugtes Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer weist eine relative Molekülmasse von 50 000 bis 100 000 auf. Geeignete, wenn auch weniger bevorzugte Verbindungen dieser Klasse sind Copolymere der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit Vinylthern, wie Vinylmethylether, in denen der Anteil der Säure mindestens 50 % beträgt.

Weitere organische Gerüstsubstanzen sind beispielsweise die bevorzugt in Form ihrer Natriumsalze eingesetzten Polycarbonsäuren, wie Citronensäure und Nitrilotriacetat (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist.

Geeignete anorganische, nicht komplexbildende Elektrolytsalze sind die - auch als "Waschalkalien" bezeichneten - Bicarbonate, Carbonate, Borate oder Silikate der Alkalien; von den Alkalisilikaten sind vor allem die Natriumsilikate mit einem Verhältnis  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$  wie 1 : 1 bis 1 : 3,5 brauchbar.

Vergrauungsinhibitoren haben die Aufgabe, den von der Faser abgelösten Schmutz in der Flotte suspendiert zu halten und so das Vergrauen zu verhindern. Hierzu sind wasserlösliche Kolloide meist organischer Natur geeignet, wie beispielsweise die wasserlöslichen Salze polymerer Carbonsäuren, Leim, Gelatine, Salze von Ethercarbonsäuren oder Ethersulfonsäuren der Stärke oder der Cellulose oder Salze von sauren Schwefelsäureestern der Cellulose oder der Stärke. Auch wasserlösliche, saure Gruppen enthaltende Polyamide sind für diesen Zweck geeignet. Weiterhin lassen sich lösliche Stärkepräparate und andere als die oben genannten Stärkeprodukte verwenden, z. B. abgebaute Stärke, Aldehydstärken usw.. Auch Polyvinylpyrrolidon ist brauchbar. Carboxymethylcellulose (Na-Salz), Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose und deren Gemische werden bevorzugt eingesetzt.

Das Schäumvermögen der Tenside läßt sich durch Kombination geeigneter Tensidtypen steigern oder verringern; eine Verringerung läßt sich ebenfalls durch Zusätze nichttensidartiger organischer Substanzen erreichen. Ein verringertes Schaumvermögen, das beim Arbeiten in Maschinen erwünscht ist, erreicht man vielfach durch Kombination verschiedener Tensidtypen, z. B. von Sulfaten und/oder Sulfonaten mit Nonionics und/oder mit Seifen. Bei Seifen steigt die schaumdämpfende Wirkung mit dem Sättigungsgrad und der C-Zahl des Fettsäurerestes an. Als schauminhibierende Seifen eignen sich daher solche Seifen natürlicher und synthetischer Herkunft, die einen hohen Anteil an  $\text{C}_{18}$ - $\text{C}_{24}$ -Fettsäuren aufweisen. Geeignete nichttensidartige Schaum-inhibitoren sind beispielsweise Organopolysiloxane und deren Gemische mit silanierter Kieselsäure, Paraffine, Wachse, Mikrokristallinwachse und deren Gemische mit silanierter Kieselsäure.

Unter den als Bleichmittel dienenden, in Wasser  $\text{H}_2\text{O}_2$  liefernden Verbindungen haben das Natriumperborat-tetrahydrat ( $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ) und das Natriumperborat-monohydrat ( $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$ ) besondere Bedeutung. Weitere brauchbare Bleichmittel sind beispielsweise Peroxycarbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1,5 \text{H}_2\text{O}_2$ ), Peroxypyrophosphate, Citratperhydrate sowie  $\text{H}_2\text{O}_2$  liefernde persaure Salze oder Persäuren, wie Perbenzoate, Peroxophthalate, Diperazelaensäure oder Diperdodecandisäure.

Um beim Waschen bei Temperaturen von 60 °C und darunter eine verbesserte Bleichwirkung zu erreichen, können Bleichaktivatoren in die Präparate eingearbeitet werden. Beispiele hierfür sind mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  organische Persäuren bildende N-Acyl- bzw. O-Acyl-Verbindungen, vorzugsweise N,N'-tetraacylierte Diamine, wie N,N,N,N'-Tetraacetyläthylendiamin, ferner Carbonsäureanhydride und Ester von Polyolen, wie Glucosepentaacetat.

Die Waschmittel können als optischer Aufheller Derivate der Diaminostilbendisulfonsäure bzw. deren Alkalimetallsalze enthalten. Geeignet sind z. B. Salze der 4,4'-Bis(2-anilino-4-morpholino-1,3,5-triazin-6-yl-amino)-stilben-2,2'-disulfonsäure oder gleichartig aufgebaute Verbindungen, die anstelle der Morpholinogruppe eine Diethanolaminogruppe, eine Methylaminogruppe, eine Anilinogruppe oder eine 2-Methoxyethylaminogruppe tragen. Weiterhin können Aufheller vom Typ des substituierten 4,4'-Distyryl-diphenyls anwesend sein; z. B. die Verbindung 4,4'-Bis-(4-chlor-3-sulfo-2-styryl)-diphenyl. Auch Gemische der vorgenannten Aufheller können verwendet werden.

Als Enzyme kommen solche aus der Klasse der Proteasen, Lipasen und Amylasen bzw. deren Gemische in Frage. Besonders geeignet sind aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie *Bacillus subtilis*, *Bacillus*

lichenformis und Streptomyces griseus gewonnene enzymatische Wirkstoffe. Die Enzyme können an Trägerstoffen adsorbiert und/oder in Hüllsubstanzen eingebettet sein, um sie gegen vorzeitige Zersetzung zu schützen.

- 5 Als Stabilisatoren insbesondere für Perverbindungen und Enzyme kommen die Salze von Polyphosphonsäuren, wie 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure (HEDP) oder Diethylentriamin-pentamethylenphosphonsäure (DTPMP bzw. DETPMP) in Betracht.

- Die portionierten Preßlinge können bei der Beladung der Waschmaschine dem Textilgut unmittelbar zugegeben werden, ihre Einspülung über eine getrennte Kammer ist nicht mehr erforderlich. Es erübrigen sich  
10 damit auch die heute in breitem Umfange üblichen Dosierkörper, die zur Aufnahme von pulverförmigem Waschmittel gedacht sind und zusammen mit dem zu waschenden Textilgut unmittelbar in die Maschine eingegeben werden.

### BEISPIELE

#### 15 Beispiele 1 bis 3

- Für die Herstellung der in Tablettenform portionierten Preßlinge gemäß den nachfolgenden Beispielen 1 bis 3 wurde zunächst unter den erfindungsgemäßen Verfahrensbedingungen der Granulationsstufe ein hoch  
20 verdichtetes und getrocknetes Granulat der folgenden Zusammensetzung erzeugt

	Zeolith NaA (wasserfrei gerechnet)	37 Gew.-%
	Natriumdodecylbenzolsulfonat (ABS)	15 Gew.-%
25	Natriumseife auf Basis Talgfettsäure	2 Gew.-%
	Soda, wasserfrei	14 Gew.-%
	Wasserglas ( $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 3,3$ )	4 Gew.-%
30	Natriumsalz eines Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymeren (Sokalan CP5(R))	6 Gew.-%
	C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> -Fettalkohol mit 5 EO	6 Gew.-%
35	Talgfettalkohol mit 5 EO	2 Gew.-%
	Wasser sowie geringer Gehalt an weiteren Bestandteilen wie optische Aufheller, Phosphonat und anorganische Salze	14 Gew.-%
40		

- Im einzelnen wurde zur Herstellung dieses hoch verdichteten Granulats ein weitgehend Niotensid-freies Turmpulver aus 20,5 Gew.-% Zeolith NaA, 10,6 Gew.-% ABS, 2 Gew.-% Seife, 14 Gew.-% Soda, 4 Gew.-% Wasserglas, 4,5 Gew.-% Sokalan CP5(R), 1 Gew.-% Talgalkohol mit 5 Ethylenoxidgegruppen (EO) und 6,6 Gew.-%  
45 Wasser und weiteren Bestandteilen (Gew.-% Angaben jeweils bezogen auf die gesamte Rezeptur) und ein Niotensid-haltiges Trägerbead aus 16,5 Gew.-% Zeolith NaA, 6 Gew.-% C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO, 1,5 Gew.-% Sokalan CP5(R) und 4,5 Gew.-% Wasser mit 7,3 Gew.-% einer wäßrigen 60 Gew.-%igen ABS-Paste wie folgt vermischt

- In einem Chargen-Mischer (20 Liter), ausgerüstet mit einem Messerkopf-Zerkleinerer, wurden das Turmpulver und das Trägerbead vorgelegt und bei laufendem Mischer und Messerkopf-Zerkleinerer miteinander  
50 vermischt. Anschließend wurde die wäßrige ABS-Paste zugepumpt und nachgemischt. Das resultierende Vorgemisch war rieselfähig und wurde einer Pelletpresse zugeführt, deren Matrize mit Bohrungen eines Durchmessers von 1,5 mm versehen war. Die aus der Matrize austretenden Pelletstränge wurden auf eine Länge von ca. 1,5 mm abgeschnitten. Das anfallende hoch verdichtete Granulat wurde in einem diskontinuierlich arbeitenden Wirbelschichttrockner bei einer Zulufttemperatur von ca. 75 bis 80 °C von dem über die ABS-Paste  
55 eingeführten Wasseranteil befreit.

Das so gewonnene trockene rieselfähige Granulat wurde gemäß den Angaben der nachfolgenden Beispiele 1 bis 3 mit weiteren Textilwaschmittel-Inhaltsstoffen und gegebenenfalls zusätzlichen Tablettierhilfsmitteln versetzt. In Beispiel 3 erfolgte die Zugabe der mikrokristallinen Cellulose in einem Rondiergerät (Marumerizer)



vor der anschließenden Wirbelschicht-Trocknung. Die jeweils gut durchmischte Masse wurde nachfolgend auf einer hydraulisch arbeitenden Presse (Firma Kürschner, Bundesrepublik Deutschland) zu portionierten Tabletten bei Preßdrücken im Bereich von etwa 10 bis 100 bar verpreßt. Im einzelnen gelten die nachfolgenden Angaben.

#### Beispiel 1

Das zuvor beschriebene Pellet wurde mit den nachfolgenden Komponenten in den angegebenen Verhältnissen vermischt:  
 Pellet 74,1 Gew.-%  
 Perboratmonohydrat 16,0 Gew.-%  
 Tetraacetylenhydriammin-Granulat (TAED) 5,8 Gew.-%  
 Schauminhibitor auf Silikonbasis 2,5 Gew.-%  
 Waschmittelenzym (Savinase) 1,6 Gew.-%.

Es wurden Tabletten des nachfolgenden Formats und der anschließend angegebenen Eigenschaften hergestellt:  
 Gewicht der einzelnen Tablette 52 g  
 Tablettendurchmesser 38 mm  
 Tablettenhöhe 39,5 mm  
 Bruchfestigkeit 80 bis 90 N  
 Tablettendichte 1,16 g/cm<sup>3</sup>.

Beim Einsatz der Waschmitteltablette in einer Haushaltswaschmaschine bei 30 °C wurden nach 30 Minuten Waschkdauer in der Wäsche keine Tablettenreste mehr gefunden.

#### Beispiel 2

Die nachfolgende Stoffmischung wurde wie oben tablettiert:

Pellet 72,1 Gew.-%  
 Perboratmonohydrat 16,0 Gew.-%  
 TAED-Granulat 5,8 Gew.-%  
 Schauminhibitor auf Silikonbasis 2,5 Gew.-%  
 Waschmittelenzym (Savinase) 1,6 Gew.-%  
 mikrokristalline Cellulose 2,0 Gew.-%.

Die in der beschriebenen Weise hergestellten Tablettenpreßlinge besaßen folgende Eigenschaften:

Gewicht 53 g  
 Durchmesser 38 mm  
 Höhe 40,3 mm  
 Bruchfestigkeit 100 bis 120 N  
 Dichte 1,16 g/cm<sup>3</sup>.

Beim Einsatz in der Waschmaschine (30 °C) wurden nach 15 Minuten Waschkdauer keine Tablettenreste mehr gefunden.

#### Beispiel 3

Es wurde die nachfolgende Mischung tablettiert:

Pellet 68,9 Gew.-%  
 Perboratmonohydrat 14,9 Gew.-%  
 TAED-Granulat 5,4 Gew.-%  
 Schauminhibitor 2,3 Gew.-%  
 Waschmittelenzym 1,5 Gew.-%  
 Harnstoff 5 Gew.-%  
 mikrokristalline Cellulose (während der Verrundung zugegeben) 2 Gew.-%.

Abmessung und Eigenschaften der Tablettenpreßlinge:

Gewicht 56 g  
 Durchmesser 38 mm  
 Höhe 41,1 mm  
 Bruchfestigkeit 90 bis 100 N  
 Dichte 1,20 g/cm<sup>3</sup>.

Beim Einsatz in der Waschmaschine (30 °C) wurden nach 10 Minuten keine Tablettenreste mehr gefunden.

#### Beispiel 4

5

In einem Mischer der zuvor angegebenen Art wurde ein sprühgetrocknetes Turmpulver unmittelbar mit dem nichtionischen Tensid, das zu 20 Gew.-% aus C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkohol mit 3 EO und zu 80 Gew.-% aus C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO bestand, und einer 40%igen wäßrigen ABS-Paste in den folgenden Mengenverhältnissen vermischt:

- 10 Turmpulver 83,7 Gew.-%  
nichtionisches Tensid 5,3 Gew.-%  
ABS-Paste 40%ig 11 Gew.-%.

Das rieselfähige trockene Mischprodukt wurde über einen Extruder unter Verwendung einer Lochplatte mit Bohrungen eines Durchmessers von 1,5 mm, einer Temperatur von 40 °C und einem Arbeitsdruck von 70 bar extrudiert. Das austretende strangförmige Granulat wurde auf eine Kornlänge von 1,5 mm geschnitten und in einem Rondiergerät (Marumerizer) mit mikrokristalliner Cellulose beaufschlagt. Das gebildete Granulat wurde in der in Beispielen 1 bis 3 beschriebenen Weise in einem Wirbelschichttrockner mit Heißluft getrocknet.

Die Zusammensetzung des so gebildeten Granulats war wie folgt:

- 20 Zeolith NaA (wasserfrei) 29 Gew.-%  
ABS 16 Gew.-%  
Natriumseife auf Basis Talgfettsäure 1 Gew.-%  
Soda (wasserfrei) 21 Gew.-%  
Wasserglas (Na<sub>2</sub>O SiO<sub>2</sub> = 1 : 2,0) 3 Gew.-%  
Sokalan CP5<sup>(R)</sup> 8 Gew.-%  
25 nichtionisches Tensid 6 Gew.-%  
Talgalkohol + 5 EO 2 Gew.-%  
Wasser sowie geringer Gehalt an weiteren Bestandteilen wie optische Aufheller, Phosphonat und anorganische Salze 14 Gew.-%.

Das Granulat wurde zur nachfolgenden Tablettierung mit den folgenden Komponenten versetzt:

- 30 Extrudat 68,1 Gew.-%  
Natrium-Percarbonat 15 Gew.-%  
TAED-Granulat 5,8 Gew.-%  
Schauminhibitor auf Silikonbasis 2,5 Gew.-%  
Waschmittelenzym (Savinase) 1,6 Gew.-%  
35 mikrokristalline Cellulose (während der Verrundung zugegeben) 2,0 Gew.-%  
Natriumacetat 5,0 Gew.-%.

Die Verpressung des Granulats erfolgte in der in Beispielen 1 bis 3 angegebenen Art auf einer hydraulisch arbeitenden Presse. Die Abmessungen und Eigenschaften der hergestellten Tablettenformlinge waren die folgenden:

- 40 Gewicht 56 g  
Durchmesser 38 mm  
Höhe 40,5 mm  
Bruchfestigkeit 60 N  
Dichte 1,22 g/cm<sup>3</sup>.

- 45 Beim Einsatz dieser Waschmitteltablette in einer Waschmaschine bei 30 °C wurden nach 15 Minuten Waschkdauer in der Wäsche keine Tablettenreste mehr gefunden.

#### Beispiel 5 (zum Vergleich)

- 50 Auf einer Pelletpresse (Matrize mit 2 mm Bohrung, Schnittlänge der Pellets 1 bis 2 mm) wurde das im nachfolgenden beschriebene Gemisch granuliert und anschließend in einer Wirbelschicht getrocknet, wobei darauf geachtet wurde, daß die Produkttemperatur 50 °C nicht überstieg. Das Gemisch wurde wie folgt gewonnen:

- 55 Es wurden 36,7 Gew.-% eines saugfähigen, durch Sprühtrocknung hergestellten Trägerbeads auf Basis von 75 Gew.-% Zeolith NaA (wasserfrei), 4 Gew.-% Sokalan CP5<sup>(R)</sup>, 3 Gew.-% Talgalkohol + 5 EO, 3 Gew.-% Natriumseife auf Basis Talgfettsäure und gebundenes Wasser unter Zugabe eines Gemisches aus 6,7 Gew.-% 60%iger ABS-Paste, 1,1 Gew.-% Talgalkohol mit 5 EO und 4,8 Gew.-% C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO mit 5,5 Gew.-% 90%igem ABS-Pulver, 12,3 Gew.-% Soda (wasserfrei), 2,4 Gew.-% 83%igem Natriumsilikat (Na<sub>2</sub>O : SiO<sub>2</sub> = 1 : 3,3) und 9,9 Gew.-% eines 50%igen Sokalan-Compounds (Rest Soda und Wasser) vermischt. An-

schließlich wurden 2,6 Gew.-% einer 30%igen wäßrigen 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure-natriumsalzlösung zugegeben. Die Mischung wurde intensiv durchmischt. Kurz vor der Weiterverarbeitung zu Pellets wurden 16 Gew.-% Perboratmonohydrat eingemischt.

Die in der angegebenen Form gewonnenen und getrockneten Granulate (Pellet) wurden zur Tablettierung mit den nachfolgenden Komponenten gemischt:

Pellet 90,1 Gew.-%

TAED-Granulat 5,8 Gew.-%

Schauminhibitor 2,5 Gew.-%

Waschmittelenzym 1,6 Gew.-%.

Die Verpressung erfolgte auch hier auf einer hydraulisch arbeitenden Presse (Firma Kürschner, Bundesrepublik Deutschland). Es wurden Tabletten mit folgenden Eigenschaften erhalten:

Gewicht 52 g

Durchmesser 38 mm

Höhe 34 mm

Bruchfestigkeit 80 N

Dichte 1,35 g/cm<sup>3</sup>.

Beim Einsatz dieser Waschmitteltabletten in einer Textilwaschmaschine bei 30 °C wurden nach einer Waschkdauer von 40 Minuten noch Tablettenreste (12 g) in der Wäsche gefunden.

#### Beispiel 6

Das gemäß Beispiel 5 hergestellte Trägerbead wurde vor seiner Verarbeitung zur Gewinnung des rieselfähigen Vorgemisches mit dem nichtionischen Tensid (C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO) beladen. Dann erfolgte die Vermischung mit den weiteren Bestandteilen wie in Beispiel 5 beschrieben unter Verwendung der 60%igen wäßrigen ABS-Paste als Gleit- und Plastifizierungsmittel mit Schmiercharakter. Die Weiterverarbeitung erfolgte wie in Beispiel 5 beschrieben. Die auf diese Weise erhaltenen tablettierte Preßlinge zeigen das nachfolgende Eigenschaftsprofil:

Gewicht 52 g

Durchmesser 38 mm

Höhe 35,5 mm

Bruchfestigkeit 60 bis 80 N

Dichte 1,29 g/cm<sup>3</sup>.

Beim Einsatz dieser Waschmitteltablette in einer Haushaltswaschmaschine bei 30 °C wurden nach 20 bis 25 Minuten Waschkdauer keine Tablettenreste mehr gefunden.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Wasch- und Reinigungsmitteln in Form portionierter Preßlinge, dadurch gekennzeichnet, daß verdichtete Granulate zu diesen portionierten Preßlingen verpreßt werden, wobei zur Ausbildung der verdichteten Granulate ein homogenes Vorgemisch unter Zusatz eines Plastifizierungs- und/oder Gleitmittels über Lochformen bei Drucken zwischen 25 und 200 bar strangförmig verpreßt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die portionierten Preßlinge Dichten aufweisen, die oberhalb von 1 und vorzugsweise zwischen 1,1 und 1,5 g/cm<sup>2</sup> liegen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der bei der portionierenden Verpressung eingesetzte Druck im Bereich von 1 bis 300 bar, vorzugsweise von 5 bis 200 bar, und insbesondere zwischen 10 und 150 bar liegt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß dem Primärgranulat nach Abschluß der ersten Verfahrensstufe und vor der portionierenden Verpressung Lösungs- bzw. Zerfallhilfen in Mengen von nicht mehr als 15 Gew.-%, vorzugsweise nicht mehr als 10 Gew.-%, jeweils bezogen auf den gesamten Preßling, zugesetzt werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß vor der portionierenden Verpressung Phlegmatisierungsmittel zugesetzt werden, die bei Raumtemperatur oder schwach erhöhten Temperaturen fließfähig sind, wobei als Phlegmatisierungsmittel Paraffinöle, Estheröle, bei Raumtem-

peratur fließfähige höhere Alkohole und/oder deren Ether bzw. deren bei mäßig erhöhten Temperaturen schmelzende Homologen eingesetzt werden.

- 5 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die portionierten Preßlinge als Tabletten, in Zylinder- oder Quaderform mit einem Durchmesser/Höhe-Verhältnis von 0,5 : 2 bis 2 : 0,5 ausgebildet werden.
- 10 7. Wasch- und Reinigungsmittel in Form portionierter Preßlinge, dadurch gekennzeichnet, daß die portionierten Preßlinge durch Verpressen eines verdichteten Granulats erhalten werden, wobei zur Ausbildung des verdichteten Granulats ein homogenes Vorgemisch unter Zusatz eines Plastifizier- und/oder Gleitmittels über Lochformen bei Drucken zwischen 25 und 200 bar strangförmig verpresst wird.
- 15 8. Wasch- und Reinigungsmittel in Form portionierter Preßlinge nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Preßlinge aus Mischungen erhalten werden, die einerseits niotensid-haltige Granulate und andererseits Granulate beinhalten, die weitgehend frei von Niotensiden sind, so daß der Niotensidgehalt nicht gleichmäßig auf das gesamte kornförmige Gut verteilt ist.

#### 20 Claims

- 25 1. A process for the production of detergents in the form of portioned pressings, characterized in that compacted granules are pressed to form the portioned pressings, the compacted granules being formed by extrusion of a homogeneous premix in strand form through perforated dies under pressures of 25 to 200 bar after the addition of a plasticizer and/or lubricant.
- 30 2. A process as claimed in claim 1, characterized in that the portioned pressings have densities above 1 and preferably between 1.1 and 1.5 g/cm<sup>2</sup>.
- 35 3. A process as claimed in claim 1 or 2, characterized in that the pressure applied during the portioning step is in the range from 1 to 300 bar, preferably in the range from 5 to 200 bar and, more particularly, in the range from 10 to 150 bar.
- 40 4. A process as claimed in any of claims 1 to 3, characterized in that, after the first stage of the process and before the portioning step, dissolving or disintegrating aids are added to the primary granules in quantities of no more than 15% by weight and preferably in quantities of no more than 10% by weight, based on the pressing as a whole.
- 45 5. A process as claimed in any of claims 1 to 4, characterized in that desensitizing agents liquid at room temperature or mildly elevated temperatures are added before the portioning step, paraffins oils, ester oils, higher alcohols liquid at room temperature and/or ethers thereof and/or homologs thereof melting at moderately elevated temperatures being used as the desensitizing agents.
- 50 6. A process as claimed in any of claims 1 to 5, characterized in that the portioned pressings are in the form of cylindrical or square tablets with a diameter-to-length ratio of 0.5:2 to 2:0.5.
- 55 7. Detergents in the form of portioned pressings, characterized in that the portioned pressings are obtained by pressing of compacted granules, a homogeneous premix containing a plasticizer and/or lubricant being extruded in strand form through perforated dies under pressures of 25 to 200 bar to form the compacted granules.
8. Detergents in the form of portioned pressings as claimed in claim 7, characterized in that the pressings are obtained from mixtures of, on the one hand, granules containing nonionic surfactants and, on the other and, granules which are substantially free from nonionic surfactants so that the nonionic surfactant content is not uniformly distributed throughout the granules.

#### Revendications

1. Procédé de production de produits de lavage et de nettoyage sous forme de pièces moulées proportion-

- 5 nées, caractérisé en ce qu'on comprime des granulés pour ces pièces moulées proportionnées, par compression d'un prémélange homogène, en ajoutant un lubrifiant et/ou un plastifiant sur des moules perforés à des pressions comprises entre 25 et 200 bar sous forme de tiges pour réaliser les granulés comprimés.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les densités de pièces moulées proportionnées sont supérieures à 1 et sont comprises de préférence entre 1,1 et 1,5 g/cm<sup>3</sup>.
- 10 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la pression utilisée lors de la compression de dosage est comprise entre 1 et 300 bar, de préférence entre 5 et 200 bar et notamment entre 10 et 150 bar.
- 15 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'à un granulé primaire, après la fin de la première étape de procédé et avant la compression de dosage, on ajoute des additifs de mise en solution ou de délitage en des quantités qui ne dépassent pas 15 % en poids, de préférence qui ne dépassent pas 10 % en poids, rapporté chaque fois à la pièce moulée globale.
- 20 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on ajoute des agents de flegmatisation avant la compression de dosage, qui sont coulants à température ambiante ou à température modérée, en utilisant comme agent de flegmatisation des huiles paraffiniques, des huiles-esters, des alcools supérieurs coulants à température ambiante et/ou leurs éthers ou leurs homologues fondant à températures modérées.
- 25 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que les pièces moulées proportionnées sont constituées en comprimés sous forme cylindrique ou parallélépipédique avec une proportion diamètre/hauteur de 0,5 : 2 à 2 : 0,5.
- 30 7. Produits de lavage et de nettoyage sous forme de pièces moulées proportionnées, caractérisés en ce qu'on obtient les pièces moulées proportionnées par compression d'un granulé densifié, pour réaliser le granulé densifié on comprime un prémélange homogène en ajoutant un plastifiant et/ou un lubrifiant sur des moules perforés à des pressions comprises entre 25 et 200 bar pour donner des tiges.
- 35 8. Produits de lavage et de nettoyage sous forme de pièces moulées proportionnées selon la revendication 7, caractérisé en ce que les pièces moulées sont obtenues à partir de mélanges, qui contiennent d'une part des granulés comprenant des tensioactifs non ioniques et d'autre part, des granulés qui sont largement exempts de tensioactifs non ioniques, de sorte que la teneur en tensioactifs non ioniques n'est pas répartie régulièrement dans tout le produit granulé.
- 40
- 45
- 50
- 55

**This Page Blank (uspto)**